

DIALOG(R) File 351:Derwent WPI
(c) 2003 Thomson Derwent. All rts. reserv.

009765143

WPI Acc No: 1994-044994/ 199406

XRAM Acc No: C94-020056

XRPX Acc No: N94-035659

Toner for developing electrostatic latent image - obtd. by mixing
inorganic fine powder, e.g. alumina, treated with silicone oil and
inorganic fine powder, e.g. silica, treated with silane coupling agent
with toner contg. colourant

Patent Assignee: MITSUBISHI KASEI CORP (MITU)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 5346682	A	19931227	JP 92155301	A	19920615	199406 B
JP 2876898	B2	19990331	JP 92155301	A	19920615	199918

Priority Applications (No Type Date): JP 92155301 A 19920615

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 5346682	A		7	G03G-009/08	
JP 2876898	B2		7	G03G-009/08	Previous Publ. patent JP 5346682

Abstract (Basic): JP 5346682 A

The toner is obtd. by mixing, with toner composed of at least resin and colourant, inorganic fine powder (a) treated by silicone oil having BET specific surface area less than 80 m²/g, and inorganic fine powder (b) treated with the silane coupling agent having BET specific surface area of more than 80 m²/g. The inorganic fine powder (a) is alumina, and the inorganic fine powder (b) is silica.

The inorganic fine powder (a) improves the antiblocking property of the toner and (b) improves the fluidity of toner, that is, the transporting property of the toner.

USE/ADVANTAGE - Image of high quality and high density, free from fogging, can be formed. The change of the copied image quality is not observed even when the copying operation is repeatedly performed for a long time. The toner maintains high fluidity even after it is stored under high temp..

Dwg.0/0

Title Terms: TONER; DEVELOP; ELECTROSTATIC; LATENT; IMAGE; OBTAIN; MIX;
INORGANIC; FINE; POWDER; ALUMINA; TREAT; SILICONE; OIL; INORGANIC; FINE;
POWDER; SILICA; TREAT; SILANE; COUPLE; AGENT; TONER; CONTAIN; COLOUR

Derwent Class: G08; P84; S06

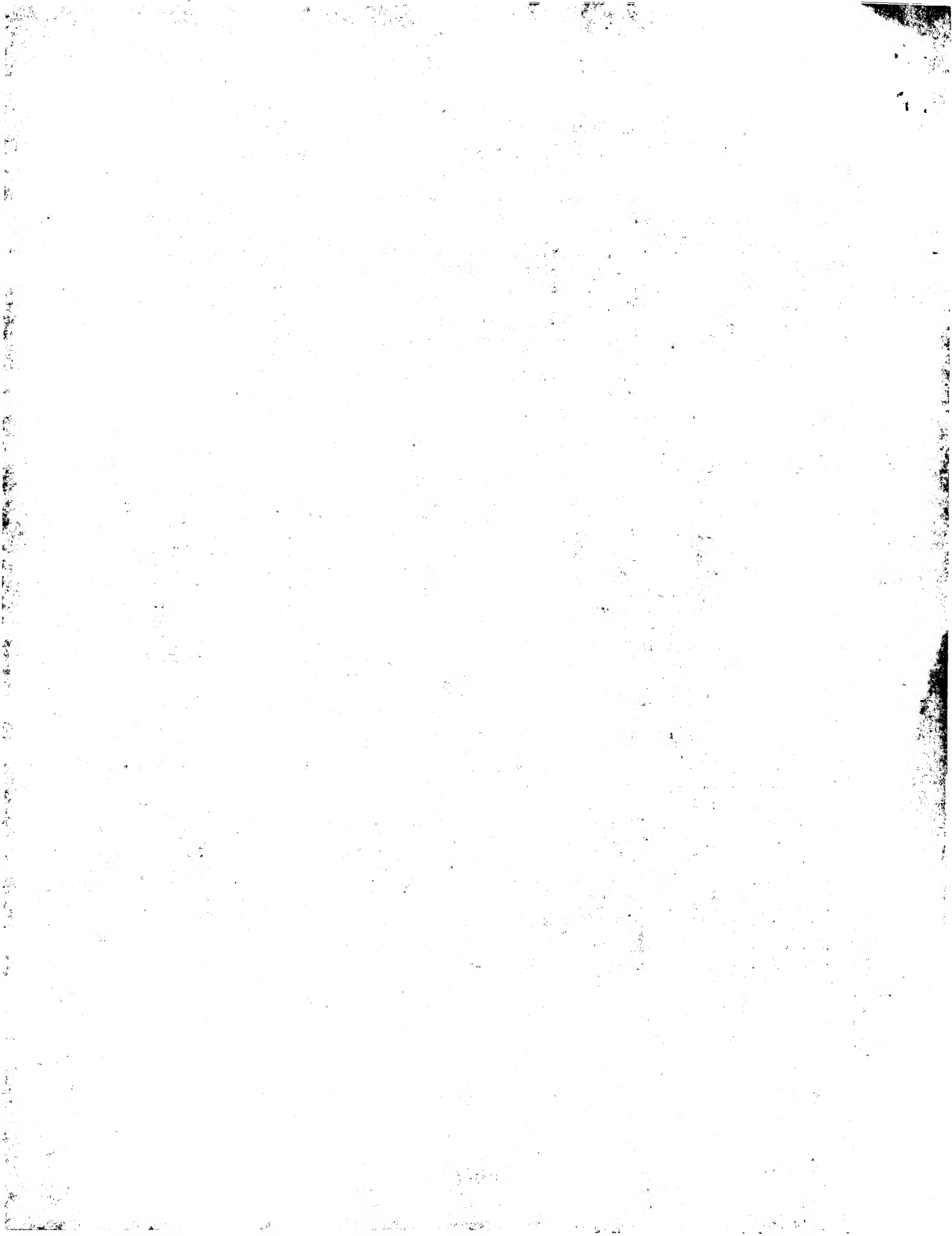
International Patent Class (Main): G03G-009/08

File Segment: CPI; EPI; EngPI

Manual Codes (CPI/A-N): G06-G05

Manual Codes (EPI/S-X): S06-A04C1

Derwent Registry Numbers: 1544-U; 1694-U



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-346682

(43) 公開日 平成5年(1993)12月27日

(51) Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 3 G 9/08			G 0 3 G 9/08	3 7 4 3 7 2 3 7 5

審査請求 未請求 請求項の数2(全 7 頁)

(21) 出願番号	特願平4-155301	(71) 出願人	000005968 三菱化成株式会社 東京都千代田区丸の内二丁目5番2号
(22) 出願日	平成4年(1992)6月15日	(72) 発明者	海野 幹夫 神奈川県茅ヶ崎市円蔵370番地 三菱化成 株式会社茅ヶ崎事業所内
		(72) 発明者	新卓 隆 神奈川県茅ヶ崎市円蔵370番地 三菱化成 株式会社茅ヶ崎事業所内
		(72) 発明者	竹原 隆次 神奈川県茅ヶ崎市円蔵370番地 三菱化成 株式会社茅ヶ崎事業所内
		(74) 代理人	弁理士 長谷川 一 (外1名)

(54) 【発明の名称】 静電荷像現像用トナー

(57) 【要約】

【構成】 少なくとも樹脂と着色剤から成るトナー及びBET比表面積 $80\text{ m}^2/\text{g}$ 未満のシリコンオイル処理された無機微粉末(a)とBET比表面積 $80\text{ m}^2/\text{g}$ 以上のシランカップリング剤処理された無機微粉末(b)を混合することを特徴とする静電荷像現像用トナー。

【効果】 コピー画質、画像濃度、カブリ等が良好で、連続複写時でもコピー画像の変化が少なく安定しており、しかも高温で長時間熱履歴を受けた後に使用しても固まりがなく、コピー画像などのトナー性能の劣化がないなど貯蔵安定性に優れ、使用環境変化に対する信頼性が高い。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも樹脂と着色剤から成るトナー及びBET比表面積 $80\text{m}^2/\text{g}$ 未満のシリコンオイル処理された無機微粉末(a)とBET比表面積 $80\text{m}^2/\text{g}$ 以上のシランカップリング剤処理された無機微粉末(b)を混合することを特徴とする静電荷像現像用トナー。

【請求項2】 無機微粉末(a)がアルミナであり、無機微粉末(b)がシリカであることを特徴とする第1項記載の静電荷像現像用トナー。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は電子写真法、静電記録法等において形成される静電潜像を現像するために使用される静電荷像現像用トナーに関するものである。

【0002】

【従来の技術】 電子複写機等で使用される現像剤は、その現像工程において、例えば静電荷像が形成されている感光体等の像担持体に一旦付着され、次に転写工程において感光体から転写紙に転写された後、定着工程においてコピー紙面に定着される。その際、潜像保持面上に形成される静電荷像を現像するための現像剤として、キャリアとトナーから成る二成分系現像剤およびキャリアを必要としない一成分系現像剤(磁性トナー、非磁性トナー)が知られている。該現像剤に含有されるトナーとしては、正荷電性トナー・負荷電性トナーがあり、従来より正荷電性トナー・帯電性を付与するものとしては、ニグロシン系染料、4級アンモニウム塩等トナーへの添加剤としての帯電制御剤やキャリアに所定の帯電性を付与するコーティング剤等が知られており、一方、負荷電性を付与するものとしては、含金アゾ染料等の帯電制御や無機微粉末、有機微粉末、及びキャリアのコーティング剤等が知られている。

【0003】 そして、トナーの流動特性、帯電特性等を改善する目的でトナー粒子と各種金属酸化物等の無機微粉末を混合して使用方法が提案されており、また必要に応じて該無機微粉末表面の疎水性、帯電特性等を改善する目的で特定のシランカップリング剤、チタネートカップリング剤、シリコンオイル、有機酸等で処理する方法、特定の樹脂でコートする方法なども提案されている。前記無機微粉末としては、例えば酸化チタン、酸化シリカ、酸化アルミ、酸化亜鉛、酸化マグネシウム、酸化セリウム、酸化鉄、酸化銅、酸化錫等が掲げられている。

【0004】 更にまた、トナーに2種以上の無機粉末を混合してトナー性能を改善する方法として、例えば、特開昭60-32060、特開昭60-136755、特開昭62-129866、特開昭63-50862、特開平1-68765、特開平1-185657、特開平1-185658、特開平2-59768、特開平2-

167561、特開平2-287364号公報などに提案されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、これら従来の無機微粉末ではトナーへの流動性付与効果及び帯電性付与効果等が必ずしも満足できるものではなく、連続複写時にカブリ等の画像汚れが発生し、或いは安定したコピー濃度が得られず、更に機内にトナーが飛散して内部を汚染するといった耐久性能が問題になっていた。また、夏場のハンドリング時及び倉庫保管時などに高温下で長時間トナーがさらされることによりトナーが容器内で一部固まったり凝集したりして、容器から払い出しにくくなり、しいてはこの様なトナーを使用して連続複写した場合にカブリ等の画像汚れが著しく発生し、或いは機内のトナー飛散による汚染が著しく発生するといった貯蔵安定性能が問題になっていた。

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明者らはかかる課題を解決すべく鋭意検討した結果、特定処理剤で表面処理した無機微粉末の特定の2種を組み合わせるとトナーと混合することにより、トナー耐久性能及び貯蔵安定性の優れたトナーが得られることを見出し、本発明に到達した。即ち、本発明の目的は、画質が優れ、画質の経時変化が少なく、帯電特性に優れた静電荷像現像用現像剤を提供することにある。また、本発明の目的は、画像濃度が高く、安定性が良好で、トナー飛散が少なく、かぶり等の画像汚れが少なく、寿命安定性に優れた静電荷像現像用トナーを提供することにある。

【0007】 すなわち本発明の要旨は、少なくとも樹脂と着色剤から成るトナー及びBET比表面積 $80\text{m}^2/\text{g}$ 未満のシリコンオイル処理された無機微粉末(a)とBET比表面積 $80\text{m}^2/\text{g}$ 以上のシランカップリング剤処理された無機微粉末(b)を混合することを特徴とする静電荷像現像用トナーにより容易に達成される。更にまた、無機微粉末(a)がアルミナであり、無機微粉末(b)がシリカであることを特徴とする前項記載の正電荷像現像用トナーにより容易に達成される。

【0008】

【作用】 以下、本発明を詳細に説明する。本発明に使用し得る樹脂成分としては、静電荷像現像用トナーに適した公知の種種のものが使用できる。例えば、ポリスチレン、クロロポリスチレン、ポリ- α -メチルスチレン、スチレン-クロロスチレン共重合体、スチレン-プロピレン共重合体、スチレン-ブタジエン共重合体、スチレン-塩化ビニル共重合体、スチレン-酢酸ビニル共重合体、スチレン-アクリル酸エステル共重合体(スチレン-アクリル酸メチル共重合体、スチレン-アクリル酸エチル共重合体、スチレン-アクリル酸ブチル共重合体、スチレン-アクリル酸オクチル共重合体及びスチレン-アクリル酸フェニル共重合体等)、スチレン-メタクリ

ル酸エステル共重合体（スチレン-メタクリル酸メチル共重合体、スチレン-メタクリル酸エチル共重合体、スチレン-メタクリル酸ブチル共重合体及びスチレン-メタクリル酸フェニル共重合体等）、スチレン- α -クロルアクリル酸メチル共重合体及びスチレン-アクリロニトリル-アクリル酸エステル共重合体等のスチレン系樹脂（スチレンまたはスチレン置換体を含む単重合体または共重合体）、塩化ビニル樹脂、ロジン変性マレイン酸樹脂、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、ポリエステル樹脂、ポリエチレン樹脂、ポリプロピレン樹脂、アイオノマー樹脂、ポリウレタン樹脂、シリコン樹脂、ケトン樹脂、エチレン-エチルアクリレート共重合体、キシレン樹脂、ポリビニルブチラール樹脂、並びにポリカーボネイト樹脂等があるが、本発明に用いるのに特に好ましい樹脂としてはスチレン系樹脂、飽和もしくは不飽和ポリエステル樹脂及びエポキシ樹脂等が挙げることができる。また、上記樹脂は単独に使用するに限らず、2種類以上併用することもできる。更にまた、特公昭51-23354、特公昭50-44836号公報に記載されている架橋系バインダー樹脂、或いは特公昭55-6895、特公昭63-32180号公報に記載されている非架橋系バインダー樹脂も使用できる。

【0009】そして、該トナー用バインダー樹脂のガラス転移温度は、示差熱分析装置で測定した時の転移開始（変曲点）が50℃以上であることが好ましい。ガラス転移温度が50℃未満の場合は、40℃以上の高温で長時間にトナーを放置した時に、トナーの凝集或いはトナーの固着をまねき使用上問題がある。本発明で用いる着色剤としては、従来から用いられるものであれば特に制限されるものではなく、任意の適当な顔料または染料が使用できる。例えば、酸化チタン、亜鉛華、アルミナホワイト、炭酸カルシウム、紺青、カーボンブラック、フタロシアニンブルー、フタロシアニングリーン、ハンザイエローG、ローダミン系染顔料、クロムイエロー、キナクリドン、ベンジジンイエロー、ローズベンガル、トリアリルメタン系染顔料、アントラキノン染料、モノアゾ及びジスアゾ系染顔料などを相当するトナーの色に着色剤を単独または混合して用いる。

【0010】着色剤の含有量は、現像により可視像を形成することができるようにトナーを着色するに十分な量あればよく、例えば樹脂100重量部に対して1~20重量部とするのが好ましい。その他、必要に応じてトナー熱特性、物理特性を改善する目的で助剤を少量添加してもよく、例えば、ポリアルキレンワックス、パラフィンワックス、高級脂肪酸、脂肪酸アミド、金属石鹸等が使用できる。その添加量は、トナー粒子100重量部に対して0.1~10重量部が好ましい。

【0011】更にこの他、トナーの帯電性を調整する目的で、正荷電性トナーの場合にはニグロシン系染料、4級アンモニウム塩、トリアミノトリフェニルメタン系化

合物、イミダゾール化合物等の公知の帯電制御剤、負荷電性トナーの場合には含金アゾ系染料、サルチル酸金属錯体及びアルキルサルチル酸金属錯体等の公知の帯電制御剤を適量添加してもよい。その添加量は樹脂100重量部に対して0.05~10重量部程度が好ましい。

【0012】なお、本発明は正荷電性帯電制御剤を使用する際に有効に作用し、更には4級アンモニウム塩系帯電制御剤を使用する際により効果的に作用する。本発明でトナーと混合する外添剤としては、少なくともBET比表面積80m²/g未満のシリコンオイル処理された無機微粉末（a）とBET比表面積80m²/g以上のシランカップリング剤処理された無機微粉末（b）とが使用される。

【0013】比較的粗い無機微粉末（a）はトナーの耐ブロッキング性を向上し、及び現像槽内でのトナー粒子同士の凝集抑制、機械的衝撃緩和によるトナーの微粉砕抑制、及びキャリアへのトナー付着現象であるスベントの抑制、並びに感光体へのフイルミング防止などの効果があると推定しており、これらの効果により貯蔵安定性に優れ、連続複写で使用しても画像劣化が起こりにくいなど耐久性能が向上する。BET比表面積が80m²/g以上の場合にはトナー同士及びトナー/キャリア並びにトナー/現像槽部位との隔壁としての無機微粉末（a）の隔壁としての役割が発揮されにくく、耐ブロッキング性が悪化し、連続複写時の耐久性能が悪化する。無機微粉末（a）の表面処理剤としてシリコンオイルを使用することは、疎水性機能を付与して環境依存性を改善すると共に、トナーの帯電特性を阻害しにくいので好ましく、特に未処理に対してシリコンオイル処理無機微粉末では画像的に白地部の汚れであるカブリが向上する。シリコンオイル以外の表面処理剤では、トナーへの帯電特性を阻害しやすいので好ましくない。

【0014】比較的細い無機微粉末（b）はトナー流動性の改善、及び現像剤搬送性向上などの効果があると推定しており、これらの効果によりトナーの補給性が優れ、画像部が均一で良好であるなど高画質コピーを得られる。BET比表面積が80m²/g未満の場合には無機微粉末（b）のトナー流動性改善の効果が弱まり、しいてはトナー補給性能の悪化し、高画質コピーが得られなくなる。無機微粉末（b）の表面処理剤としてシランカップリング剤を使用することは、疎水性機能を付与して環境依存性を改善すると共に、無機粉末の流動性改善機能に優れている。シランカップリング剤以外の表面処理剤では、流動性改善機能が劣り好ましくない。

【0015】無機微粉末（a）のコアとしては、公知の湿式法或いは乾式法で作製されるアルミナ、酸化亜鉛、酸化マグネシウム等より選択され使用でき、好ましくはアルミナが好適である。無機微粉末（a）のシリコンオイルによる表面処理は従来公知の方法が用いられ、例えばシリコンオイルとしては、一般的なストレートシリコ

5

ンオイルであるジメチルシリコンオイル、メチルフェニルシリコンオイル、メチルヒドロジェンシリコンオイル、及び変性シリコンオイルであるメタクリル変性シリコンオイル、アルキル変性シリコンオイル、エポキシ変性シリコンオイル、アミノ変性シリコンオイル等があり、1種或いは2種以上の混合物で用いられる。シリコンオイルとして好ましくは、ストレートシリコンオイルである。

【0016】表面処理された無機微粉末(a)の比表面積は $80\text{ m}^2/\text{g}$ 未満が好ましく、更には $60\text{ m}^2/\text{g}$ 未満で好適である。無機微粉末(a)の粒子径は少なくとも混合するトナー粒子径に対して $1/5$ 以下、好ましくは $1/10$ 以下がよい。そして、無機微粉末(a)の混合量は、トナー100重量部に対して0.005~7重量部が好ましく、更には0.01~5重量部が好適である。無機微粉末が0.005重量部未満だと隔壁効果がなくなり、また7重量部より多いと遊離した無機粉末により感光体にフィルミングが発生したり、キャリアに付着したりして帯電機能劣化等の障害を引き起こし好ましくない。

【0017】無機微粉末(b)のコアとしては、公知の湿式法或いは乾式法で作製されるチタニア、シリカ、アルミナ等の微粉末より選択されて使用でき、好ましくはシリカ微粉末が好適である。無機微粉末(b)のシランカップリング剤による表面処理は従来公知の方法が用いられ、例えばシランカップリング剤には、オルガノアルコキシラン(メトキシトリメチルシラン、ジメトキシジメチルシラン、トリメトキシメチルシラン、エトキシトリメチルシランなど)、オルガノクロロシラン(トリクロロメチルシラン、ジクロロジメチルシラン、クロロトリメチルシラン、トリクロロエチルシラン、ジクロロジエチルシラン、クロロトリエチルシラン、トリクロロフェニルシランなど)、オルガノシラザン(トリエチルシラザン、トリプロピルシラザン、トリフェニルシラザン、ヘキサメチルジシラザン、ヘキサエチルジシラザン、ヘキサフェニルジシラザンなど)、オルガノジシラン、オルガノシラン等があり、これらは1種或いは2種以上の混合物で用いられる。シランカップリング剤として好ましくは、オルガノクロロシラン、オルガノシラザンである。

【0018】表面処理された無機微粉末(b)の比表面積は $80\text{ m}^2/\text{g}$ 以上が好ましく、更には $80\sim500\text{ m}^2/\text{g}$ の範囲が好適である。そして、無機微粉末(b)の混合量は、トナー100重量部に対して0.001~5重量部が好ましく、更には0.005~3重量部が好適である。無機微粉末(b)が0.001重量部未満だと流動性改善効果がなく、また5重量部より多いと遊離した無機粉末により感光体にフィルミングが発生したり、キャリアに付着したりして帯電機能劣化等の障害を引き起こし好ましくなく、更にまた正荷電性トナー

6

の場合には帯電量の著しい低下を招き、カブリの悪化、トナー飛散量の増大を引き起こし問題があり、負荷電性トナーの場合には帯電量の著しい上昇を招き、画像濃度の低下を引き起こし問題がある。

【0019】この他、トナーの外添剤として抵抗調整剤、研磨剤などの目的で、公知のマグネタイト、フェライト、導電性チタン、酸化アンチモン、酸化錫、酸化セリウム、ヒドロタルサイト類、アクリルなどの微粉末を適量混合してもよく、好ましくはトナー100重量部に対して0.005~5重量部である。尚、無機微粉末のBET比表面積は市販されている窒素吸着によるBET比表面積測定装置を用いて測定することができ、例えば、(株)島津製作所製流動式比表面積自動測定装置(フローソープ2300形)などがある。

【0020】また、本発明のトナーを2成分系現像剤に用いる場合には、磁性キャリアと混合して用いればよく、現像剤中のキャリアとトナーの含有比は100:1~10重量部が好ましい。磁性キャリアとしては、粒子径 $20\sim200\text{ }\mu\text{m}$ 程度の鉄粉、フェライト粉、マグネタイト粉、磁性樹脂キャリアなど従来から公知のものが使用できる。また、これらの表面に公知のシリコン系樹脂、アクリル系樹脂、フッ素系樹脂、スチレン系樹脂など、或いはこれら樹脂の混合物をコーティングしたものも好適に使用できる。

【0021】尚、本発明は正荷電性トナーとフッ素系樹脂またはシリコン樹脂コートされたキャリアを混合した現像剤を使用する際に有効に作用する。また、本発明トナーはキャリアを使用しない1成分系の磁性トナー或いは非磁性トナーとしても用いることができる。トナー粒子の製造方法は、従来から用いられている各種トナー製造法が適用できるが、例えば一般的な例としては、まず樹脂、着色剤、ワックス、帯電制御剤等を公知の混合機で均一に分散混合し、次いで混合物を密閉式ニーダー或いは1軸または2軸の押出機等で熔融混練し、冷却後、粉碎し、分級すればよい。混練機は連続生産できる等の優位性から近年は1軸または2軸の押出機が主流であり、例えば神戸製鋼所製KTK型2軸押出機、東芝機械社製TEM型押出機、ケイ・シー・ケイ社製2軸押出機、池貝鉄工所製PCM型2軸押出機、プス社製コニーダー等がよい。

【0022】トナーの平均粒径は、 $3\sim20\text{ }\mu\text{m}$ が好適である。更にトナーに外添処理する場合には、分級トナーと外添剤をスーパーミキサー、ヘンシェルミキサー等の高速攪拌機等で攪拌混合すればよく、必要に応じスタート現像剤用トナーと補給用トナーの使用する外添剤の種類、添加量を違えてもよい。

【0023】本発明のトナーでは、例えばトナーに無機微粉末(a)と無機微粉末(b)を添加して攪拌混合すればよく、攪拌する回転数、時間などの混合条件はトナー性能に合わせて適時決めればよい。また、無機微粉末

は、凝集を少なくするために外添作業で使用する前に予め解砕処理を施しておくことにより。また、無機微粉末(a)と無機微粉末(b)はトナーの同時に添加して攪拌混合して固定化するか、または外添時にトナーに無機微粉末(a)と無機微粉末(b)を別々に添加して攪拌混合して固定化すればよい。更にまた、それぞれの外添剤の機能を充分発揮する為には、トナーに対して無機微粉末(a)を強く固定化し、無機微粉末(b)を弱く固定化するのが好ましく、例えば、まず粗い無機微粉末(a)をトナーに充分に固定化し、その後更に無機微粉末(b)を添加して攪拌混合して固定化すればよい。また、トナー外添後浮遊した外添剤がトナー中に存在する場合には、必要に応じ振動篩い等で除去すればよい。 *

・スチレン/n-ブチルアクリレート共重合樹脂 (フロー軟化点126℃、ガラス転移点60℃)	100部
・着色剤 カーボンブラック MA-7 (三菱化成社製)	5部
・ポリアルキレン ビスコール550P (三洋化成社製ポリプロピレン)	2部
・帯電制御剤 ポントロンP51 (オリエント化学社製4級アンモニウム塩)	2部

を配合し、連続2軸押出機を用いて混練、粉碎し、分級して、平均粒径8μmの黒色トナーを得た。

【0026】＜実施例1＞黒色トナー100部に対してジメチルシリコンオイルで表面処理したアルミナ微粉末(BET比表面積=30m²/g)0.5部とジメチルジクロロシランで表面処理したシリカ粉末(日本アエロジル社製R972、BET比表面積110m²/g)0.2部、及びマグネタイト粉末(BET比表面積=6m²/g)0.3部をヘンシェルミキサーで攪拌混合してトナーAを得た。得られたトナーA4部とメチルシリコン樹脂で表面コートされた平均粒径100μmのフエライト粉キャリア100部を混合、攪拌しスタート用現像剤Aを作製した。

【0027】次ぎに、この現像剤Aについて有機光導電体を感光体とし、ブレードクリーニング方式で、コピー速度50枚/分の複写機を用いて、(1)通常環境試験：温度23~25℃、湿度50~60%RHの条件下で100,000枚の実写テスト、及び(2)高温暴露試験：スタート現像剤と補給トナーをそれぞれボトルに入れ密閉状態にして、45℃の環境下で10日間保管し、冷却した後、温度23~25℃、湿度50~60%RHの条件下で10,000枚の実写テストを実施した。尚、実写テストに使用した補給トナーは上記のスタート現像剤に使用したトナーと同じトナーとした。

【0028】(1)通常環境試験結果

初期から100,000枚までコピー黒色部の均一性、欠けもよく及び画像濃度も高く安定したものであり、またコピー白地部の汚れであるカブリの増加もなく、しかも機内のトナー飛散による汚染もほとんどなく、耐久性

*【0024】2成分系のスタート現像剤は、上記までの工程で得られたトナーとキャリアをボールミル、V型混合器等で所定時間まで混合攪拌して作製することができる。

【実施例】以下、実施例により本発明を更に詳細に説明するが、本発明はその要旨を超えない限り以下の実施例により何等制限されるものではない。尚、下記実施例中、単に「部」とあるのはいずれも「重量部」を意味するものとする。トナーの外添工程前までは次の要領で黒色トナーを得た。

【0025】

【表1】

能に優れたトナー及び現像剤であった。更に、感光体を観察したが100,000枚まででフィルムギンガは発生しなかった。また、現像剤中のトナー粒度変化(特に微粉の増大)は少なく、キャリアへのトナーのスベント量も少なく、現像剤としての帯電量変化も少なく、安定していた。

(2)高温暴露試験結果

10,000枚実写中でもコピーの白地部の汚れであるカブリの増加がなく、コピー黒色部の濃度も安定して高く、また複写機内のトナー飛散による汚染もなく良好であり、高温で長時間さらされた後に使用しても耐久性能、コピー画質安定性に優れていた。尚、高温から冷却して取り出した後のスタート現像剤及び補給トナーを観察したが全く固まりがなく良好であった。

【0029】＜実施例2＞黒色トナー100部に対してジメチルシリコンオイルで表面処理したアルミナ微粉末(BET比表面積=30m²/g)0.5部とヘキサメチルジシラザンで表面処理したシリカ粉末(日本アエロジル社製R812、比表面積=280m²/g)0.15部、及びマグネタイト粉末(BET比表面積=6m²/g)0.3部をヘンシェルミキサーで攪拌混合してトナーBを得た。その後実施例1と同様にスタート現像剤を作製し、同様の試験(1)(2)を実施した結果を表1に示すが、実施例1と同様に良好であった。

【0030】＜実施例3＞黒色トナー100部に対してジメチルシリコンオイルで表面処理したアルミナ微粉末(BET比表面積=80m²/g)0.5部とマグネタイト粉末(BET比表面積=6m²/g)0.3部をヘンシェルミキサーで攪拌混合し、その後該トナーにヘキ

サメチルジシラザンで表面処理したシリカ粉末（日本アエロジル社製R812、比表面積＝ $280\text{m}^2/\text{g}$ ）0.15部を加えて、更に攪拌混合してトナーCを得た。その後実施例1と同様にスタート現像剤を作製し、同様の試験（1）（2）を実施した結果を表1に示すが、ほぼ良好であった。

【0031】＜実施例4＞黒色トナー100部に対してジメチルシリコンオイルで表面処理したアルミナ微粉末（BET比表面積＝ $30\text{m}^2/\text{g}$ ）0.5部とマグネタイト粉末（BET比表面積＝ $6\text{m}^2/\text{g}$ ）0.3部をヘンシェルミキサーで攪拌混合し、その後該トナーにヘキサメチルジシラザンで表面処理したシリカ粉末（日本アエロジル社製R812、比表面積＝ $280\text{m}^2/\text{g}$ ）0.15部を加えて、更に攪拌混合してトナーDを得た。その後実施例1と同様にスタート現像剤を作製し、同様の試験（1）（2）を実施した結果を表1に示すが、実施例1と同様に良好であった。

【0032】＜比較例1＞黒色トナー100部に対しジメチルシリコンオイルで表面処理したアルミナ微粉末（BET比表面積＝ $30\text{m}^2/\text{g}$ ）0.5部とマグネタイト粉末（BET比表面積＝ $6\text{m}^2/\text{g}$ ）を0.3部をヘンシェルミキサーで攪拌混合してトナーEを得た。その後実施例1と同様にスタート現像剤を作製し、同様の試験（1）（2）を実施した結果を表1に示すが、問題あった。

【0033】＜比較例2＞黒色トナー100部に対してヘキサメチルジシラザンで表面処理したシリカ粉末（日本アエロジル社製R812、比表面積＝ $280\text{m}^2/\text{g}$ ）

g）0.15部とマグネタイト粉末（BET比表面積＝ $6\text{m}^2/\text{g}$ ）0.3部をヘンシェルミキサーで攪拌混合してトナーFを得た。その後実施例1と同様にスタート現像剤を作製し、同様の試験（1）（2）を実施した結果を表1に示すが、問題があった。

【0034】＜比較例3＞黒色トナー100部に対してジメチルシリコンオイルで表面処理したアルミナ微粉末（BET比表面積＝ $30\text{m}^2/\text{g}$ ）0.5部とヘキサメチルジシラザンで表面処理したシリカ粉末（日本アエロジル社製RX50、比表面積 $40\text{m}^2/\text{g}$ ）0.15部、及びマグネタイト粉末（BET比表面積＝ $6\text{m}^2/\text{g}$ ）0.3部をヘンシェルミキサーで攪拌混合してトナーGを得た。その後実施例1と同様にスタート現像剤を作製し、同様の試験（1）（2）を実施した結果を表1に示すが、問題があった。

【0035】＜比較例4＞黒色トナー100部に対してジメチルシリコンオイルで表面処理したアルミナ微粉末（BET比表面積＝ $150\text{m}^2/\text{g}$ ）0.5部とジメチルジクロロシランで表面処理したシリカ粉末（日本アエロジル社製R972、BET比表面積＝ $110\text{m}^2/\text{g}$ ）0.2部、及びマグネタイト粉末（BET比表面積＝ $6\text{m}^2/\text{g}$ ）0.3部をヘンシェルミキサーで攪拌混合してトナーHを得た。その後実施例1と同様にスタート現像剤を作製し、同様の試験（1）（2）を実施した結果を表1に示すが、問題があった。

【0036】

【表2】

表-1

例	通常環境試験(100,000枚)			高温暴露試験(10,000枚)			
	コピー濃度	カブリ	感光体フィルミング	取出後固まり	コピー濃度	カブリ	トナー飛散
実施例1	良好	良好	なし	なし	良好	良好	良好
実施例2	良好	良好	なし	なし	良好	良好	良好
実施例3	良好	ほぼ良好	なし	なし	良好	ほぼ良好	ほぼ良好
実施例4	良好	良好	なし	なし	良好	良好	良好
比較例1	やや不良	不良	なし	多くあり	やや不良	やや不良	やや不良
比較例2	不良	不良	なし	少しあり	やや不良	不良	不良
比較例3	やや不良	やや不良	なし	少しあり	やや不良	やや不良	やや不良
比較例4	やや不良	やや不良	60,000枚で発生	なし	やや不良	不良	不良

【0037】

【本発明の効果】本発明の静電荷現像用トナーを使用することにより、コピー画質、画像濃度、カブリ等が良好で、連続複写時でもコピー画像の変化が少なく安定し

ており、しかも高温で長時間熱履歴を受けた後に使用しても固まりがなく、コピー画像などのトナー性能の劣化がないなど貯蔵安定性に優れ、使用環境変化に対する信頼性が高い等多大な工業的利益を提供するものである。

